

## アセトニトリル抽出 / ミニカラム精製を用いたGC/MS 及びGCによる農産物中の有機リン系農薬の分析

佐藤 寛\*, 青柳 陽子\*, 高田 千恵子\*\*, 都田 路子\*, 山田 洋子\*  
荻原 勉\*, 天川 映子\*, 大橋 則雄\*\*\*, 安田 和男\*

### Determination of Organophosphorous Pesticides in Agricultural Products by GC/MS and GC Using Acetonitrile Extraction / Clean-up by Mini-columns

Hiroshi SATOH\*, Yoko AOYAGI\*, Chieko TAKADA\*\*, Michiko MIYAKODA\*, Yoko YAMADA\*  
Tsutomu OGIWARA\*, Eiko AMAKAWA\*, Norio OHASHI\*\*\* and Kazuo YASUDA\*

**Keywords:** 農産物 agricultural products, 有機リン系農薬 organophosphorous pesticide, ガスクロマトグラフ/質量分析計 GC/MS, ガスクロマトグラフィー gas chromatography, アセトニトリル抽出 acetonitrile extraction, 固相抽出 solid phase extraction(SPE)

#### 緒 言

今日, 食品衛生法による農産物中の残留農薬基準は, 逐次追加設定<sup>1)</sup>され, 現在217農薬に達している. しかし, 農産物中の残留農薬実態の把握は必ずしも十分でない. また, 農薬には内分泌かく乱作用を有すると疑われるものも多くある<sup>2)</sup>ため, 都民の高い関心が残留農薬に対し寄せられている.

このような背景から広範囲にわたる農産物中の残留農薬の実態の把握は急務である. しかし, 公定法に記載されている試験法は, 原則的には個別分析法であるため, これらの多数の農薬についてそのまま適用すると, 多大な時間, 労力を要する. このため, 迅速簡便な一斉分析法の開発が急がれている.

近年, 農産物中の残留農薬に関して固相抽出法 (SPE) とガスクロマトグラフ/質量分析計 (GC/MS) を組み合わせた多成分一斉分析法の報告<sup>3-6)</sup>がみられるが, これらはいずれも, ゲル浸透クロマトグラフィー (GPC) の使用など前処理に手間がかかり, 有機溶媒の使用量も多い.

Fillionら<sup>6)</sup>は果実と野菜中の251農薬を対象にアセトニトリルで抽出後, 3種のミニカラムを用いたSPEにより精製し, GC/MS及び高速液体クロマトグラフィー (HPLC) で一斉分析する方法について報告している. そこで, 著者らは, Fillionら<sup>6)</sup>の方法をもとに有機リン系34種についてGC/MSでスクリーニングした後, GCで定量する方法について検討したところ, 良好な結果が得られたので報告する.

#### 実験方法

1. 試料 平成12年10月から13年6月に多摩地域の小売店より購入したコマツナ (試料数: 1), カボチャ(1), ニラ(1), トマト(1), 日本ナシ(1), マイタケ(1), キャベツ(1), キュウリ(2), ジャガイモ(2), ハクサイ(2), 計10種13検体を試料として用いた.

2. 試薬 1) 有機リン系農薬標準品及び製造会社を表1に示した.

2) 標準原液: 各農薬の標準品50 mgをアセトンに溶かし50 mLとした.  $\gamma$ -クロロフェンビンホス ( $\gamma$ -CVP),  $\delta$ -クロロフェンビンホス ( $\delta$ -CVP) は, 和光純薬工業(株)製の100  $\mu$ g/mL溶液, カズサホスはDr. Ehrenstorfer GmbH社製の10  $\mu$ g/mL溶液を用いた.

3) 添加回収実験用混合標準溶液: あらかじめ, HP-1 (0.25 mm i.d.  $\times$  30 m, 膜厚0.25  $\mu$ m, ヒューレットパッカー社製)のカラムを用いてGCにより測定した時に得られた各農薬のピークの保持時間 (RT) が重ならないように, 34種の農薬をA及びBの2グループに分類した (表1). 各標準原液をグループ別に混合し, 濃縮した後, 5  $\mu$ g/mLになるようにアセトニトリルを用いて調製した. ただし,  $\gamma$ -CVP,  $\delta$ -CVP及びカズサホスは, アセトニトリルに難溶のため, *n*-ヘキサン溶液で別に調製した.

4) 検量線用混合標準溶液: 各標準原液から0, 0.25, 0.50, 1.0  $\mu$ g/mLになるようにアセトン/*n*-ヘキサン (1 : 1) 混液を用いて調製し, GC/MS及びGCの検量線用混合標準溶液とした.

5) 精製用ミニカラム: C18ミニカラム (ウォーターズ社

\* 東京都立衛生研究所多摩支所理化学研究科 190-0023 東京都立川市柴崎町3-16-25

\* Tama Branch Laboratory, The Tokyo Metropolitan Research Laboratory of Public Health  
3-16-25, Shibasaki-cho, Tachikawa, Tokyo, 190-0023 Japan

\*\* 東京都立衛生研究所環境保健部水質研究科

\*\*\* 東京都立衛生研究所環境保健部環境衛生研究科

製 Sep-pak Vac 6 cc, 1 g, C18 Cartridges) 及び活性炭ミニカラム (スベルコ社製 6 mL SPE tube, Envi-Carb 500 mg / LC-NH2 500mg)

6) アセトニトリル, アセトン, *n*-ヘキサン及びトルエン: 残留農薬試験用 (300倍濃縮)

その他の試薬はすべて残留農薬試験用を用いた。

### 3. 装置及び測定条件

1) GC/MS: Finnigan mat社製 TRACKER (イオントラップ型), カラム: HP-5MS (0.25 mm i.d. × 30 m, 膜厚 0.10 μm, HP社製), キャリヤーガス: He, カラムヘッド圧: 12 psi, カラム温度: 40 (2 min) 10 /min 280 (4 min) 10 /min 290 (2 min), 注入口温度: 250, インターフェース温度: 260, イオン源温度: 250, イオン化電圧: 70 eV, イオン化法: EI, 注入量: 2 μL (スプリットレス)

2) 炎光光度検出器付きガスクロマトグラフ (GC/FPD): HP社製 HP 5890, カラム: HP-1, カラムヘッド圧: 12 psi, カラム温度: 60 (2 min) 10 /min 290 (3 min), 注入口温度: 220, 検出器温度: 250, スプリットレス, パージオンタイム: 1 min, キャリヤーガス: He, メイクアップガス: N<sub>2</sub>, 空気流量: 100 mL/min, 水素流量: 75 mL/min, 注入量: 1~2 μL

3) 冷却遠心機 佐久間製作所製 M160-IV型

### 4. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

細切した試料 50 g にアセトニトリル 100 mL を加え 5 分間ホモジナイズ後、塩化ナトリウム 10 g を加え再度 2 分間ホモジナイズした。塩析により水層と分離したアセトニトリル層の約 40 mL を 50 mL の遠沈管に 5 mL 駒込ピペットでとりアルミ箔でふたをし、10 分間冷却遠沈し (5, 3,000 rpm), 得られた上澄を抽出液とした。

#### 2) 精製

コックを下部に装着した C18 ミニカラムにあらかじめアセトニトリル 10 mL を通過させ、次に抽出液を注入し、流速約 2 mL/min で溶出した。最初の溶出液 3 mL を捨て、次の 25 mL を試験管にとり無水硫酸ナトリウム 2.5 g を加え、30 秒間激しく振とうした後、15 分間放置した。抽出液 20 mL を正確に 100 mL ナシ型フラスコにとり (試料 10 g 相当), 40 以下で乾固直前まで減圧濃縮し、窒素気流で乾固した。

残留物にアセトニトリル/トルエン (3:1) 混液 3 mL を加え、10 秒間超音波発生器にかけ溶解した。これを、あらかじめ、アセトニトリル/トルエン (3:1) 混液 10 mL を通過させた活性炭カラムに負荷し自然滴下で溶出させた。同液 3 mL で 3 回 ナシ型フラスコを洗い、洗液はカラムに注入した。次に同液 20 mL で溶出した。溶出液を 40 以下で乾固直前まで減圧濃縮し、窒素気流で乾固した。残さをアセトン/*n*-ヘキサン (1:1) 混液 1 mL を加えて再溶解し、GC/MS 及び GC 測定用試験溶液とした。

### 5. GC/MS によるスクリーニング

得られた試験溶液について、トータルイオンクロマトグラムを測定し、ピークの RT と表 1 に示したモニターイオンのクロマトグラム及びマススペクトルにより定性確認を行った。

なお、添加回収実験の場合は、注入をそれぞれ 2 回ずつ行い、モニターイオンのクロマトグラムからピークの面積を求め、その平均値からあらかじめ作成した検量線で検出量を算出した。

### 6. GC/FPD による定量

GC/MS により検出が確認された農薬について、GC/FPD を用い、RT により定性確認後、ピーク面積法を使用し定量した。

なお、注入は GC/MS と同様 2 回行い、その平均値から検量線法により算出した。

### 7. 添加回収実験

野菜 50 g に A 及び B グループの 5 μg/mL 農薬混合標準溶液 2 mL をそれぞれ添加し (試料換算 0.2 ppm, n=3, 試料ブランク, n=1), 30 分間放置後、本法に従い操作して試験溶液を調製し GC/MS 及び GC/FPD により測定し、回収率と変動係数 (CV) を求めた。

## 結果及び考察

### 1. GC/MS 測定条件の検討

有機リン系農薬の分析法は GC/FPD を用いる方法が公定法により規定されている<sup>7-11)</sup>。GC/FPD では定量性は良い反面、多種類の農薬が同時に検出されるため、農薬相互、または試料中の夾雑物のピークと RT が重なる場合も多く、これらの場合は、極性の異なる別のカラムでの測定が必要など非効率な場合がある。一方、GC/MS では RT が重なっても農薬の構造に特有なモニターイオンを利用し、分別定量ができる利点がある。

そこで、GC/MS によりスクリーニングし、検出が確認された農薬を GC/FPD で定量する方法<sup>12, 13)</sup> について検討した。

GC/MS においては微極性の HP-5MS カラムを用いた時、A 及び B グループに分けた場合でもエチルチオメトン、ダイアジノンと、パラチオンメチルはトルクロホスメチルとピークが重なった。そこで、表 1 で示したようにモニターイオンは、各農薬のフラグメントイオンから、他農薬や農産物成分との相互分離、感度などを考慮して選択した。また、GC/MS では、カラムやガラスインサート、イオン源等の汚れの状態により測定値のバラツキが大きくなる場合もある。このため今回、測定中の感度上昇に伴う測定値のばらつきを補正するために、標準溶液と試料を交互に 2 回ずつ測定した。検量線は 0.25 ~ 1.0 μg/mL の範囲でほとんどの農薬がほぼ良好な直線性を示した。しかし、ホスチアゼートやピリダフェンチオンなど感度の低い農薬や、-CVP と -CVP などピークの一部が相互に重なり正確な測定ができなかった農薬は、低濃度でイオン強度が減少し、

表1. GC/MSにおける農薬の保持時間及びモニターイオン

No.	有機リン系農薬	製造社	グループ	保持時間	定量用イオン	確認用イオン	検出限界(ppm)
1	サリチオン	1	A	14:21	216	216 183 153	0.001
2	チオメトン	2	A	14:50	88	88 125 93	0.001
3	テルブホス	6	A	15:34	231	231 203	0.003
4	カズサホス	7	A	14:36	159	159 97 88	0.003
5	イプロベンホス( IBP)	1	A	16:16	91	91 204	0.003
6	パラチオンメチル	1	A	16:45	109	109 263 125	0.003
7	トルクロホスメチル	3	A	16:50	265	265 267 250	0.001
8	ピリミホスメチル	1	A	17:26	290	290 276 125	0.001
9	フェンチオン	1	A	17:44	278	278 125 169	0.001
10	クロルピリホス	1	A	17:47	314	314 197 258	0.001
11	クロルフェンピホス( -CVP)	1	A	18:25	267	267 295 323	0.003
12	クロルフェンピホス( -CVP)	1	A	18:37	267	267 295 323	0.003
13	メチダチオン	1	A	18:51	145	145 85 125	0.003
14	プロチオホス	4	A	19:25	309	309 267 113	0.001
15	シアノフェンホス( CYP)	1	A	20:54	157	157 169 141	0.001
16	ピリダフェンチオン	1	A	21:55	340	340 199 188	0.005
17	ホサロン	1	A	22:36	182	182 121 367	0.001
18	ジクロルボス( DDVP)	1	B	9:10	109	109 79 185	0.003
19	ジメトエート	1	B	15:05	87	87 93 125	0.005
20	シアノホス( CYAP)	1	B	15:35	109	109 125 243	0.001
21	ダイアジノン	1	B	15:57	137	137 179 304	0.001
22	エチルチオメトン	1	B	15:56	88	88 142 274	0.001
23	ジクロフェンチオン	3	B	16:37	223	223 279 251	0.001
24	クロルピリホスメチル	1	B	16:46	286	286 288 125	0.001
25	フェニトロチオン	1	B	17:21	125	125 260 277	0.003
26	マラチオン	1	B	17:38	127	173 127 93	0.001
27	パラチオン	1	B	17:47	291	291 109 292	0.001
28	ホスチアゼート	2	B	18:05, 18:08	195	195 197	0.02
29	フェントエート	1	B	18:39	274	274 246 121	0.001
30	ブタミホス	5	B	19:20	200	286 200 258	0.003
31	エチオン	1	B	20:29	231	231 97 153	0.001
32	エディフェンホス( EDDP)	1	B	20:53	109	109 173 310	0.003
33	ホスメット	1	B	21:52	160	160 93	0.001
34	EPN	1	B	21:58	157	157 141 169	0.001

(S/N 3)

製造社 1 : 和光純薬, 2 : 林純薬, 3 : 関東化学, 4 : ジーエルサイエンス, 5 : 住友化学, 6 : Riedel-de-Haën, 7 : Dr.Ehrenstorfer GmbH

右上がりの二次曲線を示した。

また, 検出限界は表1に示したようにホスチアゼートを除き試料換算で0.005 ppm以下であった。

以上の結果から, 本条件下でGC/MSは一部感度の低い農薬を除き残留基準値の低い農薬も検出でき, 実用上十分使用できると考えられる。

## 2. GCにおける検量線及び検出限界

本法におけるGC/FPD測定条件下では, 検量線は0.1~1.0 µg/mLの範囲でいずれの農薬についても $r=0.99$ 以上の良好な直線性を示した。再現性については, 1.0 µg/mL標準溶液を各3回ずつ測定しCV値を求めたところ, ホサロンのみが10%と大きい値を示したが, それ以外の農薬は概

ね1~5%であった。

また, 検出限界は全ての農薬で試料換算で0.005 ppm以下であった。

## 3. GC/MSによる添加回収率

有機リン系農薬を0.2 ppm(試料換算)になるように, コマツナ, キュウリ, トマト及び日本ナシの4農産物に添加した時のGC/MSによる回収率を表2に示した。GC/MSにおいては特に, GC部におけるマトリックスの量が農薬の検出感度を左右し, 回収率に影響を与えられている<sup>15, 16)</sup>。本法では4農産物とも試料由来のピークが若干みられたが, 定量には支障もなく良好に定量できた。

低い回収率を示した農薬は, キュウリ及び日本ナシのチ

オメトン, キュウリのエチルチオメトン, トマトのジクロロルボス (DDVP) であり, 21.5~55.2%であった。これは抽出過程での酸化や揮散によるものと思われる。検討した34種中31種の有機リン系農薬で, 回収率は60%以上の結果が得られた。また, これらのうちの29種は4農産物中3ないし4農産物が120%以下の回収率であった。4農産物中2農産物以上が120%以上の高い回収率を示した農薬は, イプロベンホス, -CVP, -CVP, ピリダフェンチオン及びホスチアゼートの5種であった。ホスチアゼート及びピリダフェンチオンは他農薬と比べ感度が低く, -CVP及び-CVPはピークの分離が不十分なため正確な定量が困難な場合もあった。

また, CV値が4農産物中2農産物以上で10%を越えた農薬はチオメトン, イプロベンホス, クロルピリホス, -CVP, ピリダフェンチオン, ホスチアゼートの6農薬であった。以上の結果, 本法における回収率は農産物の種類により回収率及びCV値に若干差がみられたが, ほぼ満足できる結果であった。

#### 4. GC/FPDによる添加回収率

有機リン系農薬0.2 ppm (試料換算) をコマツナ, キュウリ, トマト及び日本ナシの4農産物に添加した時のGC/FPDによる回収率を表2に示した。クロマト上はいずれの作物, いずれの農薬についても妨害ピークもなく良好に測定できた。4農産物中1農産物でも70%以下の低い回

表2. 有機リン系農薬の添加回収率 (N=3)

添加量: 0.2ppm

No.	有機リン系農薬	グループ	コマツナ				キュウリ				トマト				日本ナシ			
			GC/MS		GC/FPD		GC/MS		GC/FPD		GC/MS		GC/FPD		GC/MS		GC/FPD	
			平均値 (%)	CV (%)														
1	サリチオン	A	106.3	9.5	101.2	2.8	93.1	3.1	97.2	6.4	85.7	4.4	91.6	3.3	101.8	3.0	117.8	3.0
2	チオメトン	A	72.0	32.3	72.0	22.8	40.9	20.5	52.3	25.3	83.8	9.0	90.2	5.5	50.4	20.2	50.0	11.5
3	テルブホス	A	107.7	8.9	100.3	3.2	90.7	3.8	90.6	9.6	84.4	4.8	94.3	1.5	107.7	3.2	103.3	6.5
4	カズサホス	A	113.8	6.7	108.6	8.0	-	-	-	-	-	-	-	-	117.8	6.3	117.2	1.8
5	イプロベンホス( IBP)	A	166.8	5.7	104.2	4.6	77.9	12.1	97.7	4.5	129.5	4.5	96.1	1.0	154.3	13.0	125.1	2.2
6	パラチオンメチル	A	110.4	8.2	103.0	4.0	104.9	2.5	96.7	4.6	92.3	5.0	89.3	1.2	139.5	5.9	125.1	0.3
7	トルクロホスメチル	A	111.8	11.0	103.4	4.5	104.2	5.8	91.0	4.4	79.0	7.6	92.6	1.8	99.4	4.0	117.5	0.7
8	ピリミホスメチル	A	117.6	10.1	104.5	3.8	92.1	4.5	93.2	4.8	91.6	4.2	93.0	1.7	112.2	4.1	116.7	0.1
9	フェンチオン	A	107.5	4.3	99.1	6.5	71.7	6.8	78.6	18.8	88.4	5.6	93.1	1.2	92.3	7.5	102.3	3.0
10	クロルピリホス	A	106.2	7.1	100.7	4.8	94.7	12.7	90.0	6.2	79.3	7.1	91.9	1.6	99.5	15.0	110.5	5.4
11	-クロルフェンピホス( -CVP)	A	164.8	15.1	108.9	3.9	101.0	10.0	96.9	4.3	116.9	8.1	95.0	1.5	165.1	12.0	120.8	2.4
12	-クロルフェンピホス( -CVP)	A	198.7	16.5	115.7	3.9	86.1	5.6	96.7	4.7	108.7	7.0	94.6	1.4	139.6	3.2	119.4	3.9
13	メチダチオン	A	117.1	4.1	104.4	3.9	82.6	11.5	98.9	5.1	92.5	2.9	98.0	1.9	115.9	3.1	122.6	3.2
14	プロチオホス	A	110.9	7.8	94.1	5.2	82.5	3.7	86.8	10.2	91.0	2.8	94.3	2.4	179.3	10.3	106.6	3.1
15	シアノフェンホス( CYP)	A	108.4	8.5	99.7	4.7	61.3	1.7	105.4	5.6	79.3	5.9	102.5	2.5	99.8	3.0	125.6	0.8
16	ピリダフェンチオン	A	120.1	19.0	97.7	8.5	90.6	7.3	107.1	9.2	188.4	8.3	106.5	4.8	153.2	18.5	123.8	4.5
17	ホサロン	A	116.3	20.9	100.0	8.0	70.8	3.2	114.8	12.0	87.9	1.7	107.0	8.2	111.7	6.1	121.3	2.2
18	ジクロロルボス( DDVP)	B	62.3	8.5	52.6	15.8	70.5	6.1	112.2	4.0	55.2	9.0	70.0	14.4	107.9	7.4	100.0	9.3
19	ジメトエート	B	123.5	5.7	120.5	3.9	88.3	4.0	113.3	4.9	81.1	8.8	118.2	0.6	113.5	6.8	108.0	5.4
20	シアノホス( CYAP)	B	112.5	0.5	110.6	3.4	79.7	7.3	104.4	4.7	70.9	4.1	106.9	0.7	111.5	3.6	108.8	4.6
21	ダイアジノン	B	114.0	4.7	106.9	3.3	74.1	9.3	98.5	5.1	72.4	1.4	104.2	1.2	109.4	2.7	108.3	4.6
22	エチルチオメトン	B	93.9	2.0	84.3	3.9	21.5	6.9	44.1	11.1	63.7	5.8	87.3	1.8	69.7	20.5	75.6	12.3
23	ジクロフェンチオン	B	109.3	2.3	103.8	3.7	67.7	9.8	98.1	5.0	80.2	7.5	103.0	1.2	161.4	4.0	108.8	4.2
24	クロルピリホスメチル	B	115.9	3.2	105.4	3.1	82.8	5.7	99.6	4.7	71.2	1.2	101.8	0.4	104.6	3.2	110.2	5.0
25	フェントロチオン	B	119.8	1.5	109.2	3.6	74.5	8.3	100.8	5.5	62.2	1.3	106.9	1.1	105.6	2.7	106.7	5.1
26	マラチオン	B	114.1	1.6	106.7	3.8	84.2	12.3	99.5	5.0	76.6	3.5	103.7	0.8	109.7	2.7	105.5	4.9
27	パラチオン	B	140.6	4.2	107.8	3.5	102.5	5.7	98.3	5.1	94.5	5.3	106.3	0.9	113.7	2.2	105.4	5.1
28	ホスチアゼート	B	173.1	5.9	120.5	4.2	150.2	10.2	113.7	5.0	147.9	11.5	127.0	4.5	140.0	9.1	112.6	6.1
29	フェントエート	B	117.3	3.7	106.5	3.4	87.2	5.6	97.2	5.1	80.0	3.1	103.4	0.4	107.9	1.1	103.5	5.2
30	ブタミホス	B	122.3	2.9	103.4	3.2	94.6	7.6	96.1	5.1	86.6	8.6	103.0	0.5	115.9	1.3	102.2	4.9
31	エチオン	B	95.1	2.4	107.5	4.4	62.8	2.0	104.2	5.0	67.8	6.5	110.5	0.3	99.5	3.2	111.5	5.6
32	エディフェンホス( EDDP)	B	126.4	8.2	116.2	4.6	84.5	3.0	114.0	4.7	86.6	5.7	122.1	1.4	113.4	1.4	114.7	7.6
33	ホスメット	B	89.8	3.9	113.6	5.0	80.9	3.7	124.5	4.8	83.0	4.2	136.7	1.8	93.8	2.5	119.5	9.1
34	EPN	B	121.7	3.2	106.7	2.2	84.1	5.7	102.6	4.6	72.1	1.7	117.5	3.2	108.8	4.9	111.2	6.7

収率を示した農薬はキュウリと日本ナシのチオメトン，コマツナのジクロロポス，キュウリのエチルチオメトンの3種であり，回収率は44.1～52.6%であった。しかし，34種中31種の有機リン系農薬は70%以上の良好な回収率を示した。また，日本ナシで34種中7種の有機リン系農薬が120%以上の高い回収率を示したが，他の3農産物では1～3種の農薬が120%を超えているだけで，全体としては良好な結果であった。また，CV値が4農産物中2農産物以上で10%を越えた農薬はチオメトン，DDVPの2農薬のみであった。

GC/MS及びGC/FPDの回収率及びCV値は概ね一致しており，農作物及び農薬による大きな差はなかった。以上の結果からGC/FPDはGC/MSに比べてマトリックスによる影響も少なかったことから，GC/FPDによる測定で34種の有機リン系農薬のほとんどのものが定量可能であった。

#### 5. 試料への適用

本法を用いて，コマツナ，カボチャ，ニラ，トマト，日本ナシ，マイタケ，キャベツ各1試料，キュウリ，ジャガイモ，ハクサイ各2試料，計10種13試料を分析したところ，ジャガイモ2試料からトルクロホスメチルが0.01 ppm，ニラからEPNが0.15 ppm検出された。

本法は，C18カラムでクロロフィルなどの妨害物質がかなり除かれるため，ケイソウ土カラムを用いた前報<sup>14)</sup>の方法に比べ試験溶液の精製効率がよく，また，有機溶媒使用量も少なく，短時間で省スペースでの操作が可能であった。

#### ま と め

有機リン系農薬34種について，農産物を対象にアセトニトリル抽出後，SPEを用いて精製しGC/MSによりスクリーニングした後，GC/FPDにより定量する方法について検討したところ，以下のことが明らかになった。

1. 野菜及び果実の4農産物を用いた添加回収実験で，一部の低い回収率を示した農薬を除きGC/MS及びGC/FPDによるいずれの測定結果も良好な回収率を示した。
2. GC/MSとGC/FPDの回収率は大きな差はなく，GC/MSは残留農薬のスクリーニング法として，GC/FPD

は定量法として使用できることが確認された。

今後さらに，適用農産物や対象農薬を拡大して検討する必要があるが，本法は，農産物中の有機リン系農薬の効率のよい一斉分析法として，十分使用できると考える。

#### 文 献

- 1) 厚生省告示第258号(平成13年7月24日)
- 2) 環境ホルモン戦略計画SPEED'98, 環境庁, 1998年5月.
- 3) 秋山由美, 矢野美穂, 三橋隆夫, 他: 食衛誌, 37, 351-362, 1996.
- 4) 小川正彦, 坂井 亨, 大熊 和之, 他: 食衛誌, 38, 48-61, 1997.
- 5) 根本 了, 佐々木久美子, 衛藤修一, 他: 食衛誌, 41, 233-241, 2000.
- 6) Fillion, J., Sauve, F. and Selwyn, J.: *J. AOAC Int.*, 83, 698-713, 2000.
- 7) 外海泰秀, 津村ゆかり, 中村優美子, 他: 食衛誌, 33, 449-457, 1992.
- 8) 宮田昌弘, 鎌倉和政, 平原嘉親, 他: 食衛誌, 34, 496-507, 1993.
- 9) 坂井亨, 今村倫子, 佐藤誠, 他: 食衛誌, 35, 636-644, 1994.
- 10) 板野一臣: 大阪市環科研所報, 61, 44-50, 1999.
- 11) 平井佐紀子, 陰地義樹, 佐々木美智子: 食衛誌, 36, 635-638, 1995.
- 12) 宮田昌弘, 平原嘉親, 成田美加子, 他: 食衛誌, 37, 158-164, 1996.
- 13) 上村聖子, 大垣寿美子, 板野一臣, 他: 大阪市環科研所報, 62, 56-69, 2000.
- 14) 佐藤寛, 大橋則雄, 天川映子, 他: 東京衛研年報, 50, 124-129, 1999.
- 15) 飛野敏明, 松下豪, 柳井誠二郎: 熊本県保環科研所報, 29, 40-46, 1999.
- 16) 根本了, 佐々木久美子, 豊田正武: 第35回全国衛生化学技術協議会年会講演集, 56-57, 1998.